

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

2 389 668

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 77 14309

(54)

Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.²).

**C 09 K 3/28; A 62 D 1/00, 3/00; B 01 F 3/04, 17/00;
E 21 F 5/00.**

(22)

Date de dépôt

4 mai 1977, à 14 h 45 mn.

(33)

(32)

(31)

Priorité revendiquée :

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande

B.O.P.I. — «Listes» n. 48 du 1-12-1978.

(71)

Déposant : Société dite : **RHONE-POULENC INDUSTRIES**, résidant en France.

(72)

Invention de : **Jacques Aurenge et Jacques Gallay.**

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : **Roger Rioufrays, Rhône-Poulenc Industries. Service brevets. Centre de Recherches
des Carrières.**

La présente invention à la réalisation de laquelle a collaboré
Messieurs Jacques AURENGE et Jacques GALLAY, a pour objet de nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses, utilisables notamment dans la prévention des incendies ou la lutte contre le feu.

5 Par la suite on désignera les compositions selon l'invention par le terme "émulseur concentré". Il s'agit de compositions susceptibles d'engendrer après dilution dans l'eau, une mousse par brassage. On désignera par "mélange moussant" la composition obtenue par dilution de l'émulseur concentré dans l'eau.

10 On sait que les mousses protectrices, quelles que soient leurs applications : lutte contre les poussières, décontamination d'enceintes, protection contre les incendies ou lutte contre le feu, doivent réunir diverses propriétés : taux d'expansion élevé, stabilité de la mousse élevée dans le temps, rétention d'eau importante, capacité d'abandonner, après décantation, un film protecteur
15 sur le milieu ou le support traité. Par ailleurs les compositions moussantes qui leur donne naissance doivent présenter une bonne stabilité au stockage dans les conditions de leur utilisation, par exemple une bonne résistance aux basses températures.

Bien que l'on ait proposé de nombreuses compositions comportant des
20 constituants variés, on ne dispose pas encore d'émulseurs concentrés générateurs d'une mousse possédant à un degré élevé l'ensemble des propriétés précitées. En général les compositions de l'art antérieur comportent de l'eau, un agent tensio-actif, un stabilisant de mousse et un additif jouant le rôle d'un antigel et facilitant la dissolution des divers constituants du mélange
25 dans la phase aqueuse.

Il a maintenant été trouvé et c'est ce qui constitue l'objet de la présente invention, de nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses particulièrement stables, à pouvoir rétenteur d'eau élevé, engendrant après décantation un film protecteur, comportant de l'eau, un agent
30 tensio-actif moussant, un stabilisant de mousse ~~et un additif~~ jouant le rôle d'un antigel et d'un tiers-solvant, caractérisées en ce qu'elles contiennent en outre un hétéropolysaccharide à haut poids moléculaire résultant de la fermentation d'un hydrate de carbone sous l'action de certaines bactéries et levures.

35 D'une manière générale les émulseurs concentrés selon l'invention renferment :

.../...

A/ de 70 % à 30 % en poids d'eau, et B/ de 30 % à 70 % en poids d'un mélange organique constitué de a) l'agent tensio-actif moussant, b) le stabilisant de mousse, c) l'additif anti-gel tiers-solvant d) l'hétéropolysaccharide.

Les proportions des constituants de la partie organique B sont généralement choisies entre les limites suivantes exprimant le pourcentage pondéral de chacun des composants a), b), c), d), dans le mélange a + b + c + d :

- de 10 à 60 % de tensio-actif a)
- de 1 à 10 % et de préférence de 2 à 8 % de stabilisant b)
- de 20 à 60 % d'additif c)
- de 1 à 30 % d'hétéropolysaccharide d)

Les hétéropolysaccharides auxquels on fait appel dans les compositions de l'invention sont de préférence ceux que l'on obtient par fermentation des hydrates de carbone les plus divers (sucres, amidons) sous l'action de bactéries du genre *Xanthomonas*, par exemple les espèces suivantes : *Xanthomonas campestris*, *Xanthomonas begoniae*, *Xanthomonas phaseoli*, *Xanthomonas heterae*, *Xanthomonas incanae*, *Xanthomonas carotae* ou *Xanthomonas translucens*, ou du genre *Arthrobacter*, ou de levure du genre *Cryptococcus* telle que *Cryptococcus laurentii* variété *Flavescens*. Les procédés d'obtention des hétéropolysaccharides précités ont fait l'objet de nombreuses publications et brevets (cf. par exemple les brevets américains 3 020 206 ; 3 000 790 et 3 096 293). Parmi ces divers hétéropolysaccharides on utilise de préférence ceux résultant de la fermentation des hydrates de carbone sous l'action de *Xanthomonas Campestris*.

La nature de l'agent tensioactif a) n'est pas critique dès l'instant qu'il s'agit d'un agent moussant et on peut faire appel à des composés ioniques (cationiques, anioniques ou amphotériques) ou non-ioniques. Ces composés sont connus et ont été largement décrits dans la littérature technique. Pour le choix de l'agent tensio-actif on peut se reporter par exemple à Encyclopédia of Chemical Technology Kirk-Othmer Vol. 19 pages 512 à 566.

Comme exemples d'agents tensio-actifs anioniques qui peuvent être utilisés dans le procédé de l'invention on peut citer : les sulfonates alcalins tels que les alcoylsulfonates, les arylsulfonates ou les alcoylarylsulfonates ; en particulier les alcoylbenzènesulfonates tels que les dodécylbenzènesulfonates de sodium, les tridécylbenzènesulfonates de sodium, les nonylbenzènesulfonates de sodium, les hexadécylsulfonates de sodium, les décylsulfonates de sodium ; les sels alcalins des sulfosuccinates de dialcoyles dérivés d'alcools à longue chaîne tels que les sels de sodium des sulfosuccinates de di(éthyl-2 hexyle), de didécyle, de dilauryle, de dioctyle, de ditridécyle ; les sulfates .../...

de dialcoyle ou les sulfates mixtes d'alcoyle et d'alcanolamines ou de métaux alcalins tels que le sulfate de lauryle et de sodium, le sulfate de lauryle et d'ammonium ; le sulfate d'éthyl-2 hexyle et de sodium ; le sulfate d'oléyle et de sodium.

5 Parmi les agents tensio-actifs cationiques auxquels on peut faire appel, on peut citer à titre non limitatif les sels d'ammonium quaternaire d'amines tertiaires et notamment d'amines comportant au moins un reste aliphatique à forte condensation en carbone tels que les chlorures ou sulfates de triméthyl stéaryl-ammonium, de lauryldiméthylbenzylammonium, de myristyldiméthylbenzylammonium.

10 Enfin à titre d'agents tensio-actifs non ioniques on peut mettre en oeuvre les produits de condensation de l'oxyde d'éthylène avec des alcools gras ou des alcoylphénols.

15 Parmi les agents tensio-actifs précités, les sulfates mixtes d'alcools gras aliphatiques ayant au moins 8 atomes de carbone et de métaux alcalins et les sels d'ammonium quaternaire comportant au moins un reste aliphatique ayant au moins 8 atomes de carbone conviennent tout particulièrement bien et sont utilisés préférentiellement dans les compositions de l'invention.

20 Comme agent stabilisant de mousse b) on peut mettre en oeuvre des composés très divers bien connus de l'homme de l'art. Toutefois on fait appel de préférence à des alcools gras aliphatiques comportant de 8 à 25 atomes de carbone dans le reste aliphatique tels que les alcools laurique, myristique, cétylique.

25 Comme additif c) jouant le rôle d'antigel et de tiers solvant pour les divers ingrédients de la composition moussante concentrée on fait appel à des glycols ou polyols ou à leurs éthers, ces composés comportant au moins 4 atomes de carbone au total, tel que le diéthylèneglycol, le diglyme ; le butoxyéthanol.

30 Les émulseurs concentrés selon l'invention sont obtenus par addition des divers ingrédients ensemble ou séparément à l'eau qui peut contenir le cas échéant le tiers solvant, suivant les cas on peut également dissoudre ou disperser un ou deux ingrédients dans l'eau et le ou les autres dans le tiers solvant et procéder ensuite au mélangeage des solutions et/ou dispersions ainsi obtenues.

35 Pour obtenir des mousses à partir des compositions de l'invention ces dernières sont d'abord diluées par addition de 10 fois à 50 fois leur poids d'eau. Le mélange moussant ainsi obtenu est ensuite brassé à l'aide d'un gaz (air, azote, argon) par les moyens habituels bien connus de l'homme de l'art afin d'engendrer la mousse. A cet effet, on peut faire appel à n'importe quel

.../...

type d'appareil assurant une dispersion efficace d'un gaz dans un liquide et un brassage énergétique de ce dernier. Il peut s'agir d'un système d'injection d'un gaz dans un liquide au moyen d'une buse et d'une trompe de venturi ou d'un système d'agitation par turbine par exemple.

5 En raison des propriétés quelles présentent les compositions selon l'invention peuvent faire l'objet de nombreuses applications. Ainsi elles peuvent être mise en oeuvre pour la lutte contre les poussières dans des enceintes ou à l'air libre : par exemple on peut les utiliser pour débarrasser des enceintes souillées accidentellement ou non par des poussières toxiques
10 ou radioactives en remplissant complètement les dites enceintes de mousse ; on peut également les mettre en oeuvre pour prévenir la diffusion de poussières à partir des supports ou des vecteurs les plus divers. C'est ainsi que l'on peut supprimer les poussières engendrées par un convoyeur de minerai tel qu'un convoyeur de charbon en fond de mine ; on peut également les utiliser
15 pour fixer les poussières existant sur des blocs de matières les plus diverses : par exemple charbon, brais de houille.

Le même procédé peut être utilisé pour combattre la pollution de surfaces par la diffusion accidentelle de particules de substances toxiques ou radioactives, par exemple sur le sol. A cet égard les mousses obtenues par le
20 procédé de l'invention peuvent être utilisées pour empêcher la diffusion - et donc une plus grande contamination - de zones naturelles sur lesquelles auraient eu lieu le dépôt de poussières toxiques ou radioactives grâce à la formation à la surface du sol d'un film protecteur d'hétéropolysaccharide.

Enfin les compositions selon la présente invention conviennent tout
25 particulièrement pour l'obtention de mousses bien adaptées à la prévention des incendies ou à la lutte contre le feu. En effet, leur facilité de mise en oeuvre, leur grand taux d'expansion, leur stabilité et leur caractère filmogène les désignent comme des matériaux convenant tout particulièrement au remplissage de gros volumes et à la formation de barrières empêchant la libre
30 circulation d'un gaz comme l'air nécessaire à la combustion.

A cet égard on peut en prévoir l'utilisation en tant que moyen préventif. En effet, ces mousses aqueuses, très stables, peuvent être utilisées comme protection dans un local exposé au feu et non accessible, par exemple une arrière
35 taille de mine, notamment de charbon. Cette mousse, déversée dans l'arrière taille joue le rôle d'une barrière étanche à l'air et empêche le contact entre le minerai et l'air. Un collage des fines se produit, ce qui conduit à une diminution très importante de l'oxydation donc de l'échauffement du minerai.

.../...

D'autre part, une mousse dont l'indice de décantation est très faible peut servir à la fois de barrière de protection contre l'oxygène et aussi d'agent de réfrigération. En effet, la possibilité qu'offre une mousse aqueuse de répartir uniformément des quantités d'eau dans un solide hétérogène, sans migration vers le bas de cette eau, conduit à considérer ce solide comme uniformément imprégné d'eau. Si un échauffement se produit, la chaleur libérée est absorbée par la vaporisation de l'eau. Ce phénomène peut être suffisant pour réduire ou même arrêter une réaction d'oxydation "in situ".

En outre, ces mousses présentent par ailleurs une bonne stabilité à la chaleur, de sorte qu'elles peuvent être avantageusement utilisées pour combattre des incendies, tels que par exemple des incendies de réservoir d'hydrocarbure. Ces mousses constituent aussi un moyen privilégié d'extinction d'incendie dans une arrière taille de mine, compte-tenu que la mousse aqueuse est le seul véhicule d'eau pouvant être facilement introduit dans une arrière taille de mine sans dommage pour le matériel de taille.

Les exemples suivants illustrent l'invention et montrent comment elle peut être mise en pratique.

EXEMPLE 1 :

On prépare une mousse de foisonnement 10 par addition à 95 parties en poids d'eau de 5 parties en poids d'une solution moussante concentrée ayant la composition pondérale suivante :

A/ 44,32 % d'une partie organique contenant :

a) 32,5 % en poids de sulfate mixte de dodécyle et de sodium

b) 4,33 % en poids d'alcool laurique

c) 54,15 % en poids de β -butoxyéthanol

d) 9,02 % en poids d'un hétéropolysaccharide obtenu par fermentation d'un hydrate de carbone sous l'action du *Xanthomonas Campestris*.

B/ 55,68 % d'eau.

On appelle foisonnement (ou taux d'expansion) le rapport du volume de mousse au volume du liquide qui l'a engendrée.

La mousse ainsi obtenue présente un indice de décantation à 50 % de 100 heures (on appelle indice de décantation le temps mis par la mousse pour perdre 50 % de son poids).

A titre comparatif on a préparé de la même façon une mousse de foisonnement 10 à partir d'une composition aqueuse obtenue par addition à 95 parties en poids d'eau, de 5 parties en poids d'une solution moussante ayant la composition pondérale suivante : .../....

A/ 42 % d'une partie organique comportant :

- a) 35,71 % en poids de sulfate mixte de dodécyle et de sodium
- b) 4,76 % en poids d'alcool laurique
- c) 59,5 % en poids de β -butoxyéthanol

B/ 58 % d'eau.

L'indice de décantation à 50 % était égal à 20 mn.

EXEMPLE 2 :

En opérant comme à l'exemple 1 on mélange 95 parties en poids d'eau avec 5 parties en poids d'une composition moussante ayant la composition pondérale suivante (rapportée à la somme à 100 de l'eau et de la partie organique) :

- eau 52,2 %
- sulfate mixte de dodécyle et de sodium 13,5 %
- alcool laurique 1,8 %
- β -butoxyéthanol 22,5 %
- hétéropolysaccharide de l'exemple 1 10 %

Puis à 95 parties en poids de la composition moussante diluée on ajoute 5 parties en poids de nickel Raney.

En utilisant comme gaz porteur de l'azote, on prépare une mousse de foisonnement 10 dans un récipient de 1 l. ouvert. On abandonne cette mousse pendant 48 heures à l'air libre sans noter le moindre incident malgré le caractère pyrophorique du nickel Raney. Après 48 heures la mousse est détruite par aspersion d'acétone. La solution d'acétone contenant du nickel en suspension est centrifugée 3 mn à 3000 g (accélération de la pesanteur). Le résidu est repris par 20 fois son volume d'eau, puis la suspension aqueuse est agitée pendant 1 heure. Le nickel Raney est ensuite filtré sous atmosphère inerte. Après séchage on constate qu'il s'enflamme spontanément à l'air.

EXEMPLE 3 :

Dans un récipient de 10 litres rempli de billes d'alumine, on introduit une mousse de foisonnement 75 obtenue à partir d'une composition moussante diluée préparée par addition à 95 parties en poids d'eau de 5 parties en poids d'une composition moussante concentrée ayant la composition pondérale suivante :

- eau 56,84 %
- sulfate mixte de dodécyle et de sodium 14,7 %
- alcool laurique 1,96 %
- β -butoxy-éthanol 24,5 %
- hétéropolysaccharide de l'exemple 1 2 %

.../...

2389668

La mousse remplit tous les vides existant entre les billes et recouvre la surface du récipient. Après 36 heures de stockage la mousse recouvre encore l'alumine.

EXEMPLE 4 :

5 On introduit dans un tas de charbon qui a été fortement aéré et dont la température interne est de 40°C, une mousse identique à celle de l'exemple 3. Après introduction de la mousse on constate que la température du charbon baisse progressivement jusqu'à la valeur ambiante. La mousse constituant une barrière isolante vis à vis de l'oxygène de l'air interrompt les phénomènes d'oxydation du charbon.

EXEMPLE 5 :

15 Une mousseréalisée à partir du même mélange que celui de l'exemple 2 est utilisée pour recouvrir une quantité de charbon finement divisé déposée au fond d'un récipient de 40 cm de diamètre. Après décantation complète de la mousse (au bout de plusieurs jours), un maillage serré recouvre et agglomère la surface du charbon finement divisé ; ce dernier n'émet plus de poussières lorsqu'il est agité.

EXEMPLE 6 :

20 Une mousse obtenue à partir du même mélange que celui de l'exemple 2 est versée sur un tas de gravier "tout venant". Le générateur est une lance à incendie munie à son extrémité d'une crépine recouverte d'un tissu dont la maille est de 80 µ. La mousse ainsi obtenue est composée de très fines bulles. Elle est très stable. Après 4 jours le tas est toujours recouvert d'un tapis protecteur de mousse.

25 Après 7 jours un film protecteur s'est formé à la surface du tas.

EXEMPLE 7.

Une mousse (I) réalisée à partir du même mélange que celui de l'exemple 3 est utilisée pour l'extinction d'un bac contenant 13 litres d'essence F en feu. Les dimensions du bac sont conformes à la norme AFNOR NFS 61 902.

30 Après une minute de combustion, la mousse est versée sur le bac enflammé ; on note le temps d'extinction et la quantité nécessaire de mousse à cet effet.

On a réalisé un essai identique avec un émulseur (II) ne contenant pas d'hétéropolysaccharide.

35 L'émulseur (II) a la composition pondérale suivante :

- sulfate mixte de dodécyle et de triéthanolamine	20	%
- alcool gras en C ₁₀ à C ₂₀	5	%
- β-butoxyéthanol	20	%
- dodécanoate de sodium	1	%
40 - eau	39	%
- urée	9	%
		.../...

Cet émulseur a une composition analogue à certains émulseurs trouvés dans le commerce.

Les mousses extinctrices sont préparées à partir de mélanges aqueux dilués obtenus par addition de 5 parties en poids de chacun des deux émulseurs à 95 parties en poids d'eau.

On a obtenu les résultats consignés dans le tableau suivant :

MOUSSES	Temps d'injection de la mousse	Poids de mousse utilisé	Temps d'extinction
(II)	45 secondes	4,200 Kg	4 mn 47 sec
(I)	20 secondes	1,880 Kg	32 sec

10 EXEMPLE 8 :

Un récipient cylindrique de 4 litres est muni à sa base d'un rétrécissement, d'un appendice de décantation et d'un tube d'entrée de mousse en bas du récipient ; ce récipient est rempli de "berlingots" de brai pétrolier d'un encombrement de 1 à 2 centimètres déposés sur une toile métallique reposant sur le rétrécissement du récipient ; ces berlingots sont recouverts d'une fine poussière noire qui vole lorsqu'ils sont manipulés et qui laisse des traces noires sur les doigts.

15 Une mousse de foisonnement 6 réalisée à partir du même mélange que celui de l'exemple 1 est utilisée au remplissage de ce récipient par l'intermédiaire du tube d'entrée précité.

20 Lorsque la mousse est décantée et le brai séché à l'air à température ordinaire, on constate d'une part qu'une partie de la poussière a été entraînée dans le "décantat" et que, d'autre part, les berlingots sont au moins partiellement recouverts d'une fine pellicule. On constate par ailleurs que ces berlingots ne présentent plus l'inconvénient de faire voler de la poussière lors
25 de leur manipulation ou de laisser des traces noires sur les mains, ces poussières ayant été éliminées pour une part et fixées pour l'autre part par la pellicule de polymère résiduel ; un essai identique réalisé avec l'émulseur de référence de l'exemple 1 c'est à dire l'émulseur ne contenant pas de polysaccharide
30 a montré que les berlingots laissaient encore de la poussière s'échapper au cours des manipulations et laissaient des traces noires sur les mains.

REVENDEICATIONS

1°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses comportant de l'eau, un agent tensio-actif moussant, un stabilisant de mousse, un additif jouant le rôle d'un antigel et d'un tiers-solvant, caractérisées en ce qu'elles contiennent un hétéropolysaccharide à haut poids moléculaire résultant de la fermentation d'un hydrate de carbone sous l'action de certaines bactéries et levures.

2°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon la revendication 1, caractérisées en ce qu'elles renferment :

A/ de 30 % à 70 % en poids d'eau

B/ de 70 % à 30 % d'un mélange organique ayant la composition pondérale suivante :

a) de 10 à 60 % d'un agent tensio-actif

b) de 1 à 10 % de stabilisant de mousse

c) de 20 à 60 % d'additif antigel

d) de 1 à 30 % d'hétéropolysaccharide

3°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisées en ce que l'hétéropolysaccharide est obtenu par fermentation des hydrates de carbone sous l'action de bactéries du genre *Xanthomonas*.

4°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon la revendication 1, caractérisées en ce que l'hétéropolysaccharide est obtenu par fermentation des hydrates de carbone sous l'action du *Xanthomonas Campestris*.

5°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisées en ce que l'agent tensio-actif est choisi dans le groupe formé par les sulfates mixtes de métaux alcalins et d'alcools gras aliphatiques ayant au moins 8 atomes de carbone et les sels d'ammonium quaternaire comportant au moins un reste aliphatique ayant au moins 8 atomes de carbone.

6°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon la revendication 5, caractérisées en ce que l'agent tensio-actif est le sulfate mixte de dodécyle et de sodium.

7°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisées en ce que le stabilisant de mousse est choisi dans le groupe formé par les alcools gras comportant de 8 à 25 atomes de carbone.

.../...

8°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon la revendication 7, caractérisées en ce que le stabilisant de mousse est l'alcool laurique.

9°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisées en ce que l'additif antigel est un glycol, un polyol, un éther de glycol ou de polyol et d'un alcanol, ces composés ayant au total au moins 4 atomes de carbone.

10°) Nouvelles compositions aqueuses concentrées génératrices de mousses selon la revendication 9, caractérisées en ce que l'additif antigel est le β -butoxyéthanol.

11°) Procédé d'obtention de mousses stables à partir de compositions moussantes selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on provoque le brassage par un gaz par tout moyen approprié d'une solution obtenue par addition à la composition moussante concentrée de 10 fois à 50 fois son poids d'eau.

12°) Emploi des mousses selon la revendication 11 pour former un revêtement protecteur sur des surfaces.

13°) Emploi des mousses selon la revendication 11 pour lutter contre les poussières.

14°) Emploi des mousses selon la revendication 11 pour prévenir les incendies dans l'arrière-taille des galeries de mines de charbon.

15°) Emploi des mousses selon la revendication 11 pour éteindre les feux d'origine diverse.

16°) Emploi des mousses selon la revendications 11 pour éteindre les feux d'hydrocarbures.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☒ OTHER: not clean

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.